

Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/002802

International filing date: 22 February 2005 (22.02.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP
Number: 2004-049180
Filing date: 25 February 2004 (25.02.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 17 March 2005 (17.03.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2 0 0 4 年 2 月 2 5 日

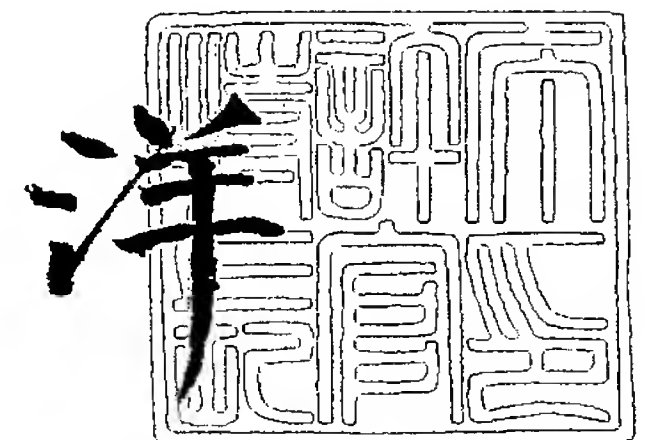
出 願 番 号
Application Number: 特 願 2 0 0 4 - 0 4 9 1 8 0
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 4 - 0 4 9 1 8 0]

出 願 人
Applicant(s): 出光興産株式会社

2 0 0 5 年 2 月 1 5 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小 川



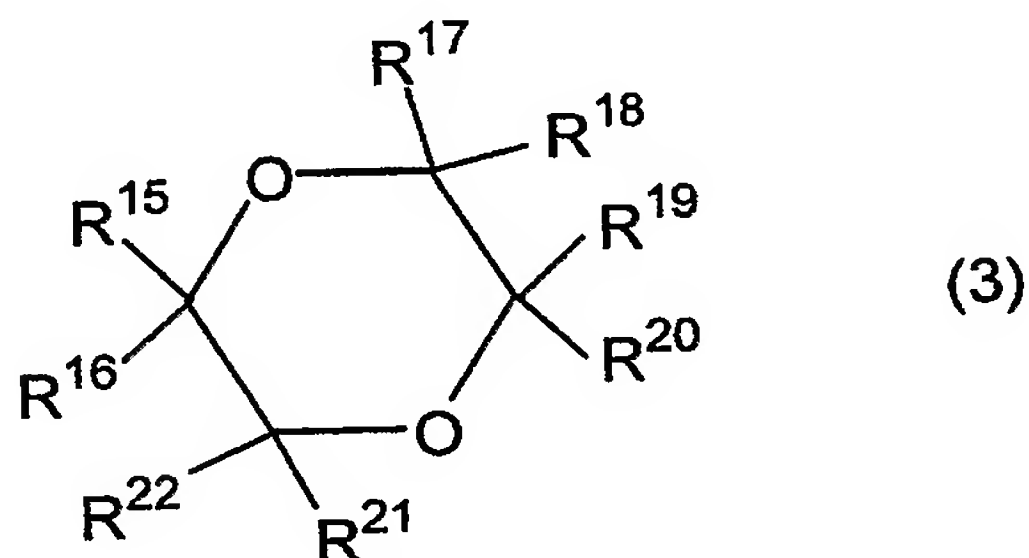
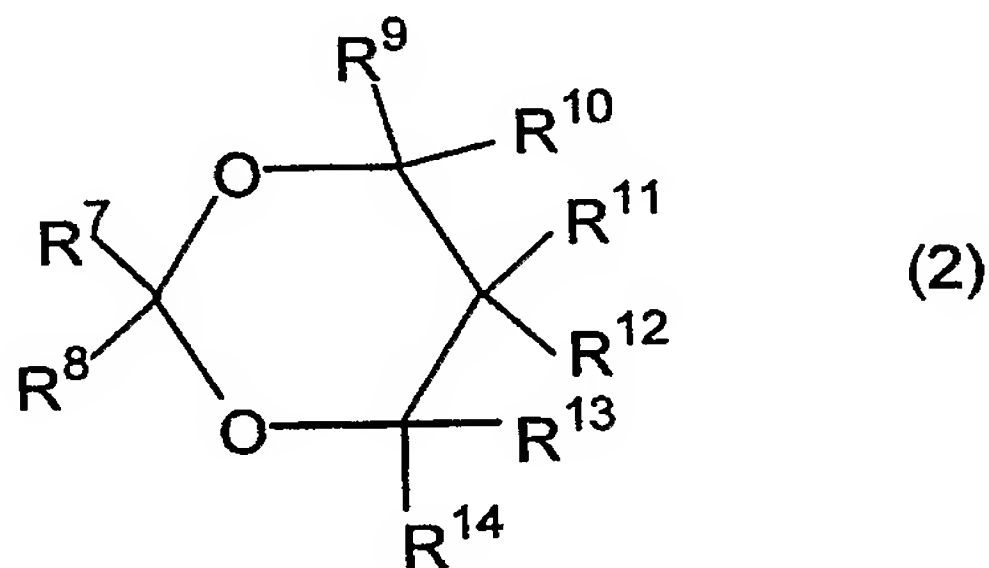
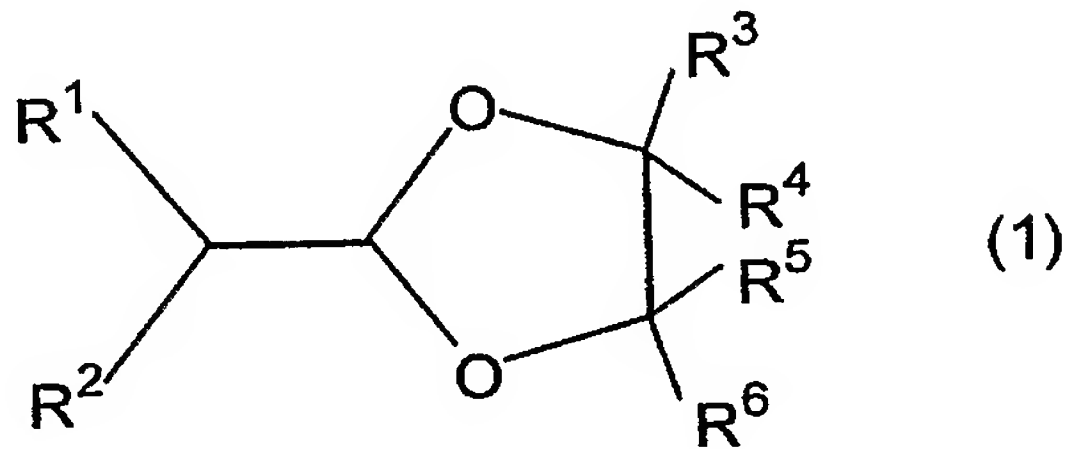
【書類名】 特許願
【整理番号】 IK504
【提出日】 平成16年 2月25日
【あて先】 特許庁長官 殿
【国際特許分類】 C10M129/20
【発明者】
 【住所又は居所】 千葉県市原市姉崎海岸 2 4 番地 4
 【氏名】 宍倉 昭弘
【発明者】
 【住所又は居所】 千葉県市原市姉崎海岸 1 番地 1
 【氏名】 佐藤 治仁
【特許出願人】
 【識別番号】 000183646
 【氏名又は名称】 出光興産株式会社
【特許出願人】
 【識別番号】 000183657
 【氏名又は名称】 出光石油化学株式会社
【代理人】
 【識別番号】 100078732
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 大谷 保
【選任した代理人】
 【識別番号】 100081765
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 東平 正道
【手数料の表示】
 【予納台帳番号】 003171
 【納付金額】 21,000円
【提出物件の目録】
 【物件名】 特許請求の範囲 1
 【物件名】 明細書 1
 【物件名】 図面 1
 【物件名】 要約書 1
 【包括委任状番号】 0000937
 【包括委任状番号】 0000761
 【包括委任状番号】 0000936
 【包括委任状番号】 0000758

【書類名】特許請求の範囲

【請求項 1】

基油に、下記一般式 (1) で表わされるジオキソラン化合物、下記一般式 (2) で表されるジオキサン化合物及び下記一般式 (3) で表されるジオキサン化合物から選ばれる化合物の一種又は二種以上を、組成物基準で 1 質量%以上配合してなる金属加工用潤滑油組成物。

【化 1】



(式中、 $R^1 \sim R^{22}$ は、それぞれ独立に水素原子、炭素数 1 ～ 3 0 の飽和炭化水素基、炭素数 1 ～ 3 0 の不飽和炭化水素基、及びエーテル結合、エステル結合又はヒドロキシル基を含む炭素数 1 ～ 3 0 の炭化水素基から選ばれる基を示す。)

【請求項 2】

一般式 (1) ～ (3) における $R^1 \sim R^{22}$ のうちの少なくとも一つが、窒素原子を含む炭化水素鎖を持つ炭化水素基である請求項 1 に記載の金属加工用潤滑油組成物。

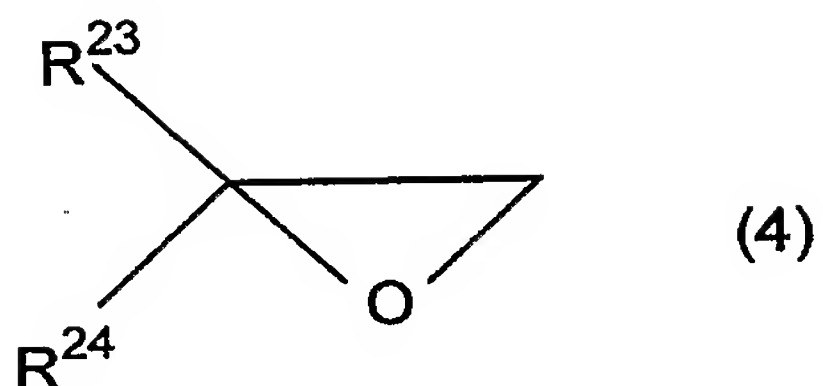
【請求項 3】

基油が、40℃における動粘度が $5 \sim 3,000 \text{ mm}^2/\text{s}$ の範囲にある、ポリブテン、ポリイソブチレン及び非水溶性ポリアルキレングリコールから選ばれる一種又は二種以上であり、該基油の含有量が組成物基準で 95 質量%以下である請求項 1 又は 2 に記載の金属加工用潤滑油組成物。

【請求項 4】

下記一般式 (4) で表される 2, 2-ジアルキルエポキシド化合物の一種又は二種以上を、組成物基準で 0.01 質量%以上含有する請求項 1 ～ 3 のいずれかに記載の金属加工用潤滑油組成物。

【化 2】



(式中、 R^{23} 及び R^{24} は、それぞれ独立に炭素数 1 ～ 30 の飽和炭化水素基、炭素数 1 ～ 30 の不飽和炭化水素基、及びエーテル結合、エステル結合又はヒドロキシル基を含む炭素数 1 ～ 30 の炭化水素基から選ばれる基を示す。)

【請求項 5】

ベンゾトリアゾール及び／又はその誘導体を、組成物基準で 0.01 ～ 10 質量% 含有する請求項 1 ～ 4 のいずれかに記載の金属加工用潤滑油組成物。

【請求項 6】

銅又は銅含有金属用である請求項 1 ～ 5 のいずれかに記載の金属加工用潤滑油組成物。

【書類名】 明細書

【発明の名称】 金属加工用潤滑油組成物

【技術分野】

【0 0 0 1】

本発明は、高温領域においても優れた潤滑特性を有し、金属加工（冷間圧延、引抜き、押抜き、鍛造、圧印加工、曲げ、張出成形、絞り等）に好適な金属加工用潤滑油組成物に関し、特に銅系金属（銅又は銅含有金属）の加工に好適な金属加工用潤滑油組成物に関する。

【背景技術】

【0 0 0 2】

銅系金属は熱伝導性及び加工性に優れるという特徴を有し、銅系金属の用途の内、最も規格の厳しい部類にエアコンディショナー用熱交換器に使用される銅配管がある。一般に、このような銅管は引抜き加工により製造され、洗浄・乾燥後、焼鈍操作を経て出荷されている。この引抜き加工は、加工条件が厳しく、通常、高粘度で加工性の良好な潤滑油（油剤）を用いる必要がある（例えば、特許文献1参照）。

しかし、近年、環境的観点から有機溶媒による洗浄を行わない、いわゆる洗浄レス化が望まれ、潤滑油メーカーの努力により鉱油を基油とした油剤に代わり、易熱分解性のポリブテン等の高分子を基油とした銅管引抜き油が開発されてきた（例えば、特許文献2～6参照）。

しかしながら、銅管引抜き油の製造工程において洗浄工程が省かれたために、従来使用されてきた強力な硫黄系極圧剤等を銅管に対して使用した場合、銅管が変色するなどの問題が大きな課題となりつつある。また、もう一つの問題として残油量がある。日本国内の残油量基準は0.1mg/mという大変厳しいものであるが、現在の主流となっている脂肪酸エステル系の添加剤を混合した高粘度の油剤では、焼鈍時の加熱により副反応が生じ、残油量の低減が難しくなっている。

【0 0 0 3】

【特許文献1】 特開 2 0 0 0 - 2 6 3 1 2 5 号公報

【特許文献2】 特開平 1 1 - 1 9 3 3 9 0 号公報

【特許文献3】 特開平 1 1 - 2 0 9 7 8 1 号公報

【特許文献4】 特開平 1 1 - 3 4 9 9 7 5 号公報

【特許文献5】 特開 2 0 0 0 - 9 6 0 7 3 号公報

【特許文献6】 特開 2 0 0 0 - 1 8 6 2 9 1 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0 0 0 4】

本発明は、上記事情に鑑みなされたもので、高温領域においても優れた潤滑特性（低摩擦性）を有し、金属加工（冷間圧延、引抜き、押抜き、鍛造、圧印加工、曲げ、張出成形、絞り等）、特に銅系金属（銅又は銅含有金属）の加工に好適な金属加工用潤滑油組成物を提供することを目的とするものである。

【課題を解決するための手段】

【0 0 0 5】

本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意研究を重ねた結果、基油に特定の化合物を配合した潤滑油組成物が、従来から用いられてきた脂肪酸エステルと同等以上の潤滑特性、加工性を有し、従来用いられている脂肪酸エステルやアルコール類より使用温度範囲が広く、焼鈍後に残留しないことを見出した。本発明はかかる知見に基づいて完成したものである。

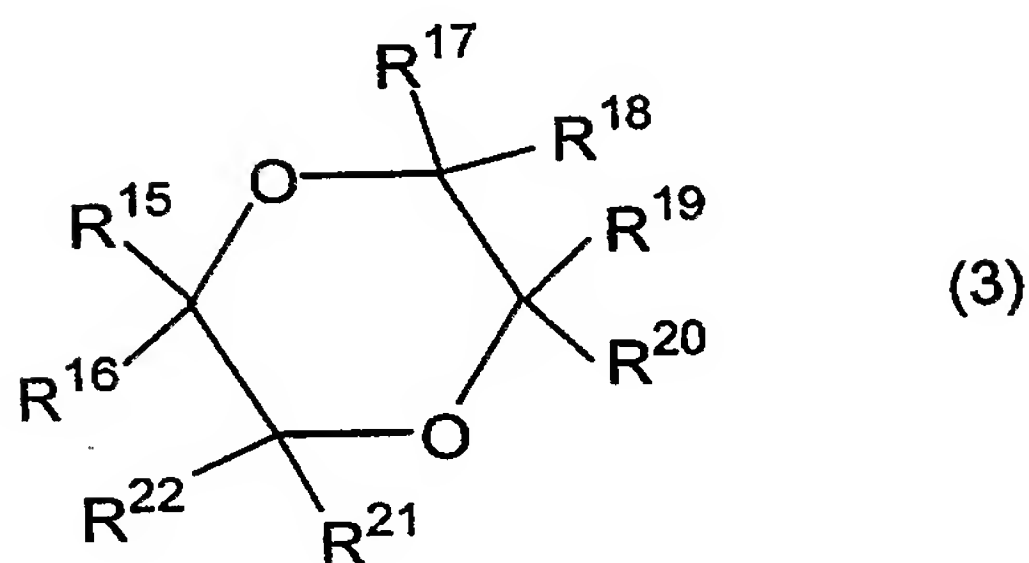
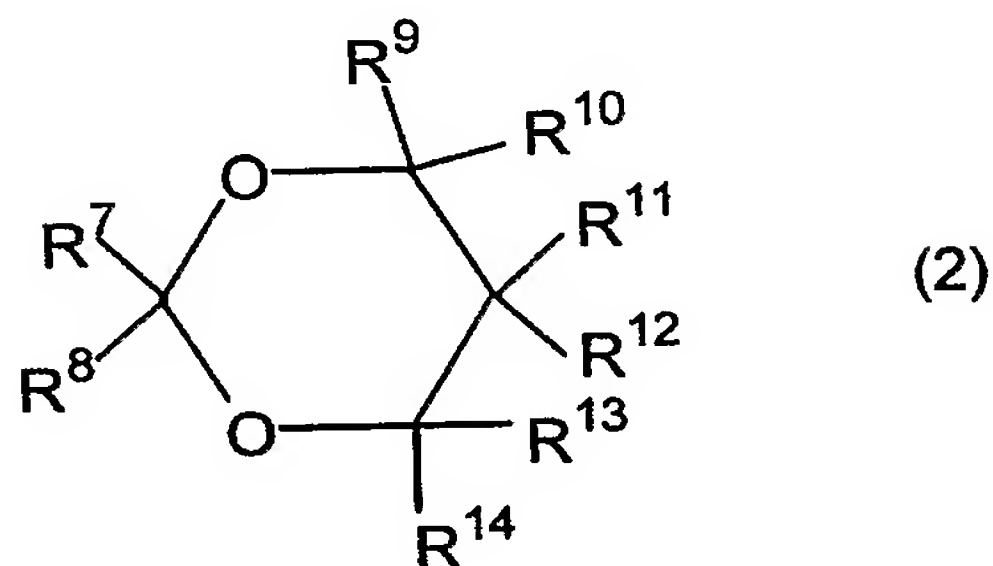
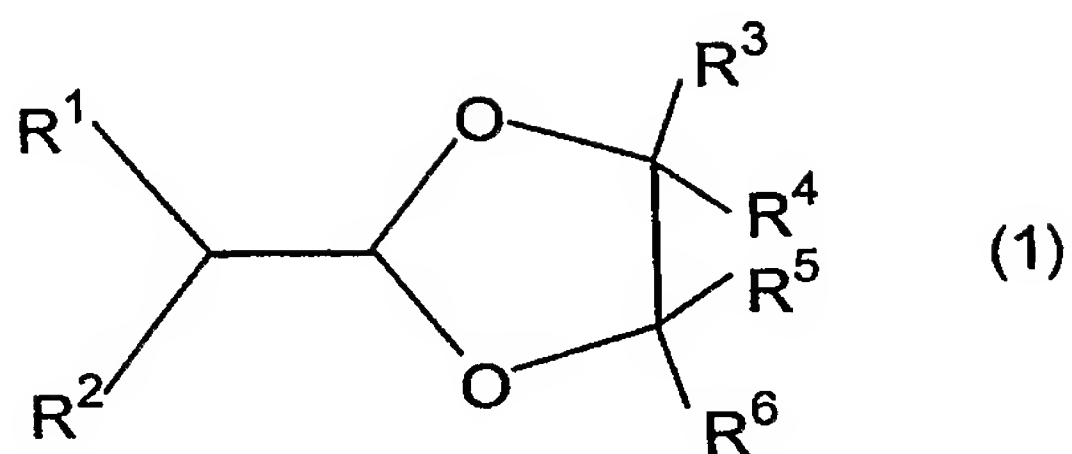
すなわち、本発明は、以下の金属加工用潤滑油組成物を提供するものである。

1. 基油に、下記一般式（1）で表わされるジオキソラン化合物、下記一般式（2）で表されるジオキサン化合物及び下記一般式（3）で表されるジオキサン化合物から選ばれる化合物の一種又は二種以上を、組成物基準で1質量%以上配合してなる金属加工用潤滑

油組成物。

【0006】

【化1】



(式中、 $R^1 \sim R^{22}$ は、それぞれ独立に水素原子、炭素数1～30の飽和炭化水素基、炭素数1～30の不飽和炭化水素基、及びエーテル結合、エステル結合又はヒドロキシル基を含む炭素数1～30の炭化水素基から選ばれる基を示す。)

【0007】

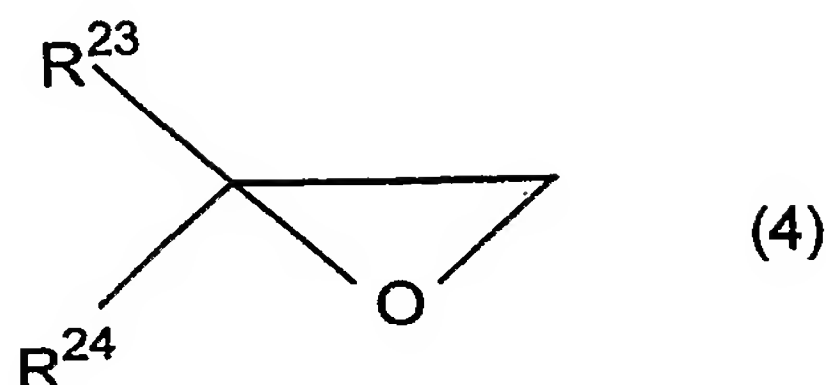
2. 一般式(1)～(3)における $R^1 \sim R^{22}$ のうちの少なくとも一つが、窒素原子を含む炭化水素鎖を持つ炭化水素基である上記1に記載の金属加工用潤滑油組成物。

3. 基油が、40℃における動粘度が5～3,000 mm²/sの範囲にある、ポリブテン、ポリイソブチレン及び非水溶性ポリアルキレングリコールから選ばれる一種又は二種以上であり、該基油の含有量が組成物基準で95質量%以下である上記1又は2に記載の金属加工用潤滑油組成物。

4. 下記一般式(4)で表される2,2-ジアルキルエポキシド化合物の一種又は二種以上を、組成物基準で0.01質量%以上含有する上記1～3のいずれかに記載の金属加工用潤滑油組成物。

【0008】

【化2】



(式中、 R^{23} 及び R^{24} は、それぞれ独立に炭素数 1 ～ 30 の飽和炭化水素基、炭素数 1 ～ 30 の不飽和炭化水素基、及びエーテル結合、エステル結合又はヒドロキシル基を含む炭素数 1 ～ 30 の炭化水素基から選ばれる基を示す。)

【0009】

5. ベンゾトリアゾール及び／又はその誘導体を、組成物基準で 0.01 ～ 10 質量% 含有する上記 1 ～ 4 のいずれかに記載の金属加工用潤滑油組成物。

6. 銅又は銅含有金属用である上記 1 ～ 5 のいずれかに記載の金属加工用潤滑油組成物。

【発明の効果】

【0010】

本発明によれば、高温領域においても優れた潤滑特性（低摩擦性）を有し、金属加工（冷間圧延、引抜き、押抜き、鍛造、圧印加工、曲げ、張出成形、絞り等）、特に銅系金属（銅又は銅含有金属）の加工に好適な金属加工用潤滑油組成物を提供することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0011】

本発明の金属加工用潤滑油組成物において、基油としては、鉱油及び／又は合成油を用いることができる。この鉱油や合成油については、一般に潤滑油の基油として用いられているものであればよく、特に制限はないが、金属加工用潤滑油組成物としての性能の点から、40℃における動粘度が 5 ～ 3,000 mm^2/s の範囲にあるものが好ましい。またこの基油の低温流動性の指標である流動点については特に制限はないが、-10℃以下であるのが好ましい。

このような鉱油、合成油は各種のものがあり、用途などに応じて適宜選定すればよい。鉱油としては、例えばパラフィン系鉱油、ナフテン系鉱油、中間系鉱油などが挙げられ、具体例としては、溶剤精製または水添精製による軽質ニュートラル油、中質ニュートラル油、重質ニュートラル油、ブライトストックなどを挙げることができる。

一方、合成油としては、例えば、ポリ α -オレフィン、 α -オレフィンコポリマー、ポリブテン、ポリイソブチレン、非水溶性ポリアルキレングリコール、アルキルベンゼン、ポリオールエステル、二塩基酸エステル、ポリオキシアルキレングリコール、ポリオキシアルキレングリコールエステル、ポリオキシアルキレングリコールエーテル、ヒンダードエステル、シリコンオイルなどを挙げることができる。これらの基油は、それぞれ単独で、あるいは二種以上を組み合わせ使用することができ、鉱油と合成油を組み合わせ使用してもよい。

本発明においては、40℃における動粘度が 5 ～ 3,000 mm^2/s の範囲にある、ポリブテン、ポリイソブチレン及び非水溶性ポリアルキレングリコールなどの易熱分解性ポリマーが好ましい。易熱分解性ポリマーに、後述する一般式 (1) ～ (3) の化合物を配合した潤滑油組成物は、金属の加工において焼鈍特性（易熱分解性、低残油性、無変色作用）と潤滑特性（低摩擦性）とを同時に満足させるものである。特に、銅系金属に特異的に作用し、脂肪酸エステル系添加剤を配合した場合と同等以上の吸着膜を形成し、高温域においても低摩擦係数を維持することができる。また、潤滑特性のみを要求し、焼鈍特性を要求しない加工の場合には、上記鉱油などを使用すればよい。

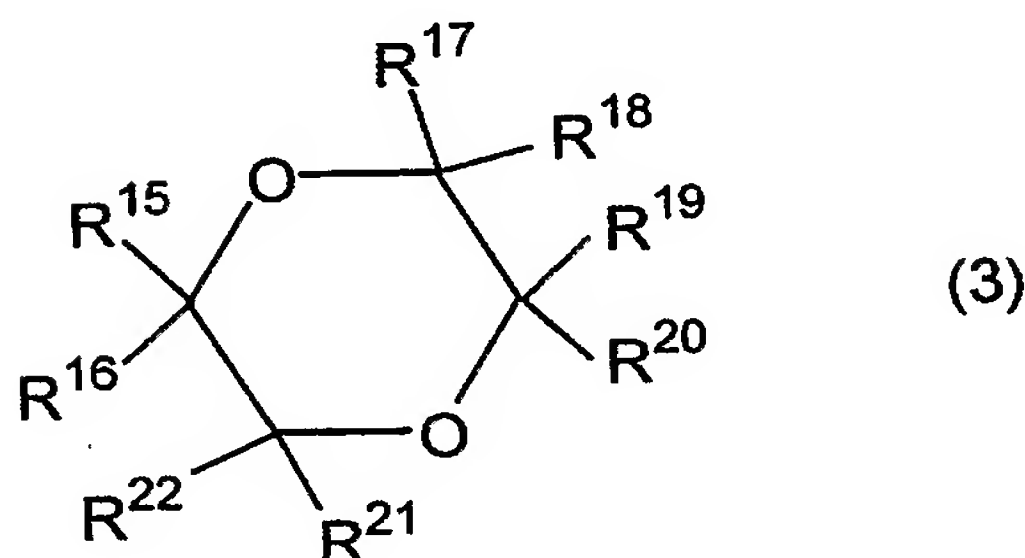
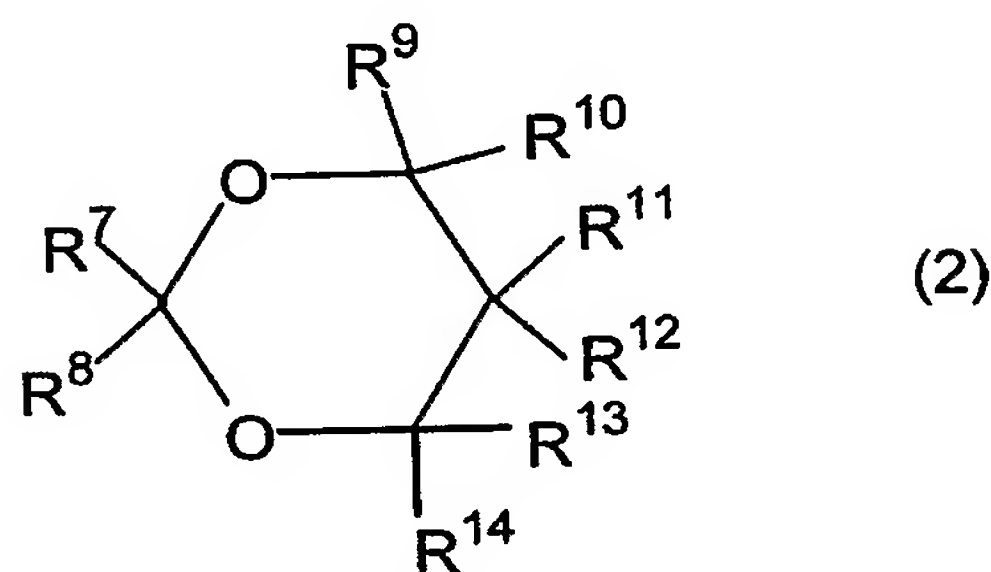
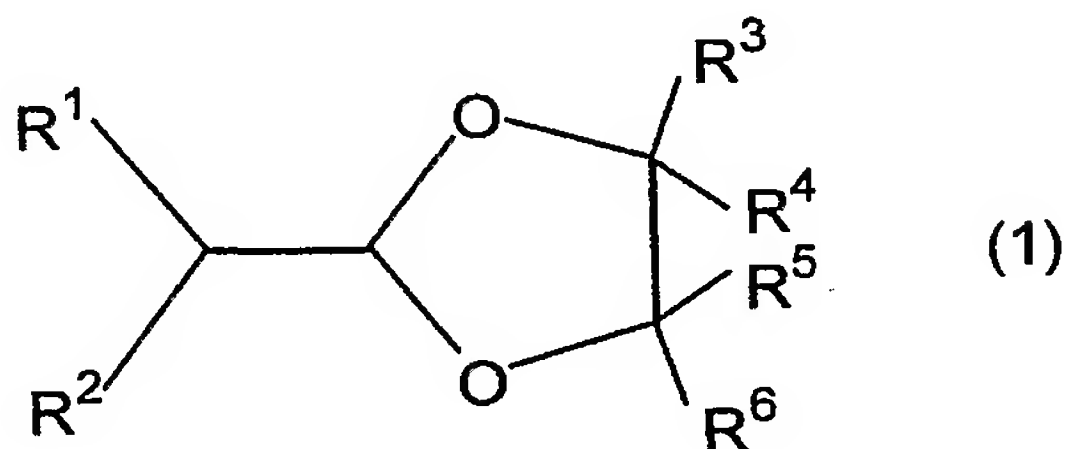
【0012】

本発明の金属加工用潤滑油組成物は、上記基油に、下記一般式 (1) で表わされるジオ

キソラン化合物、下記一般式(2)で表されるジオキサン化合物及び下記一般式(3)で表されるジオキサン化合物から選ばれる化合物の一種又は二種以上を、組成物基準で1質量%以上配合してなるものである。

【0013】

【化3】



【0014】

式中、 $R^1 \sim R^{22}$ は、それぞれ独立に水素原子、炭素数1～30、好ましくは炭素数4～28の飽和炭化水素基、炭素数1～30、好ましくは炭素数4～28の不飽和炭化水素基、及びエーテル結合、エステル結合又はヒドロキシル基を含む炭素数1～30、好ましくは炭素数4～28の炭化水素基から選ばれる基を示す。 $R^1 \sim R^{22}$ のうちの少なくとも一つは、窒素原子を含む炭化水素鎖を持つ炭化水素基であってもよい。炭素数1～30の飽和炭化水素基としては、メチル基、エチル基、*n*-プロピル基、イソプロピル基、*n*-ブチル基、イソブチル基、*sec*-ブチル基、*tert*-ブチル基、各種ペンチル基、各種ヘキシル基、各種ヘプチル基、各種オクチル基、各種ノニル基、各種デシル基、各種ウンデシル基、各種ドデシル基、トリデシル基、テトラデシル基、ペンタデシル基、ヘキサデシル基、ヘプタデシル基、オクタデシル基、ノナデシル基、エイコシル基などのアルキル基などが挙げられる。炭素数1～30の不飽和炭化水素基としては、ビニル基、プロペニル基、アリル基、シクロヘキセニル基、オレイル基などのアルケニル基などが挙げられる。

【0015】

上記一般式(1)で表されるジオキソラン化合物として、炭素数1～30のアルキル基を持つ2-アルキル-1,3-ジオキソラン(例えば、2-ヘキシル-1,3-ジオキソラン、2-ヘプチル-1,3-ジオキソラン、2-オクチル-1,3-ジオキソラン及び2-エイコシル-1,3-ジオキソランなど)、分岐アルキル基を側鎖に持つジオキソラン化合物[例えば、2-(2-ブチルヘプチル)-1,3-ジオキソラン、2-(2-ヘ

キシルノニル) - 1, 3-ジオキソラン、2-(2-オクチルデシル) - 1, 3-ジオキソラン、2-(2-オクチルウンデシル) - 1, 3-ジオキソラン、2-(2-デシルテトラデシル) - 1, 3-ジオキソラン及び2-(2-オクタデシルエイコシル) - 1, 3-ジオキソランなど]、炭素数1~30の直鎖アルケニル基又は分岐アルケニル基を持つ2-アルケニル - 1, 3-ジオキソラン [例えば、2-(2-オクテニルウンデシル) - 1, 3-ジオキソランなど] などが挙げられる。また、エーテル結合、エステル結合又はヒドロキシル基を含む炭素数1~30の炭化水素基を持つ化合物として、2-アルキル - 4-アルカノール - 1, 3-ジオキソラン [例えば、2-(2-オクチルドデシル) - α , β -グリセリンホルマルなど] などが挙げられる。本発明においては、分岐アルキル基を側鎖に持つジオキソラン化合物が好ましい。

【0016】

上記一般式(2)で表わされるジオキサン化合物としては、炭素数1~30の直鎖炭化水素基を持つ2-アルキル - 1, 3-ジオキサン及び2-アルケニル - 1, 3-ジオキサン、炭素数1~30の分岐炭化水素基を持つ2-アルキル - 1, 3-ジオキサン及び2-アルケニル - 1, 3-ジオキサン、2位にアルキル基が結合し、4位又は/及び6位に炭素数1~30のエーテル結合、エステル結合又はヒドロキシル基などを持つ炭化水素基が結合した1, 3-ジオキサン化合物などが挙げられる。

上記一般式(3)で表わされるジオキサン化合物としては、炭素数1~30の直鎖炭化水素基を持つ2-アルキル - 1, 4-ジオキサン及び2-アルケニル - 1, 4-ジオキサン、炭素数1~30の分岐炭化水素基を持つ2-アルキル - 1, 4-ジオキサン及び2-アルケニル - 1, 4-ジオキサン、2位にアルキル基が結合し、5位又は/及び6位に炭素数1~30のエーテル結合、エステル結合、ヒドロキシル基などを持つ炭化水素基が結合した1, 4-ジオキサン化合物などが挙げられる。

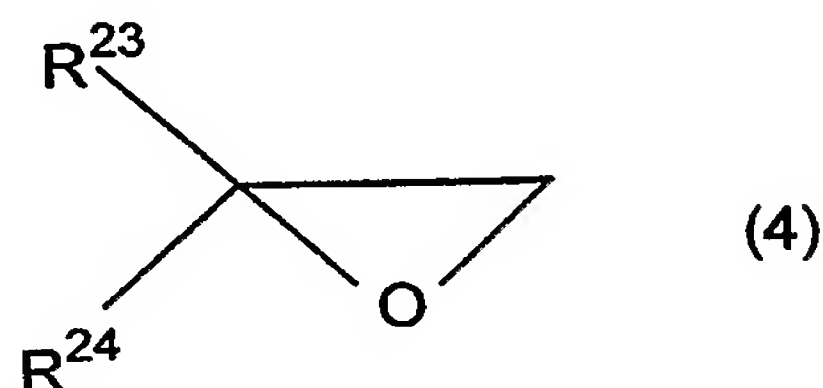
【0017】

潤滑油組成物におけるこれらの化合物の配合量は、組成物基準で1質量%以上であり、加工方法や加工条件に応じて適宜調整することができる。例えば、純銅系の冷間圧延等の場合には1~15質量%程度が適当であり、銅管の引抜き加工の場合には、5~30質量%程度が好ましい。

本発明の潤滑油組成物には、基油中に存在する微量の塩素イオンや加工中に混入する微量の水分によりアセタール結合が加水分解されるのを防止するために、下記一般式(4)で表される2, 2-ジアルキルエポキシド化合物の一種又は二種以上を、組成物基準で0.01質量%以上含有させることが好ましい。添加量の上限は、通常5質量%程度である。

【0018】

【化4】



(式中、 R^{23} 及び R^{24} は、それぞれ独立に炭素数1~30の飽和炭化水素基、炭素数1~30の不飽和炭化水素基、及びエーテル結合、エステル結合又はヒドロキシル基を含む炭素数1~30の炭化水素基から選ばれる基を示す。)

【0019】

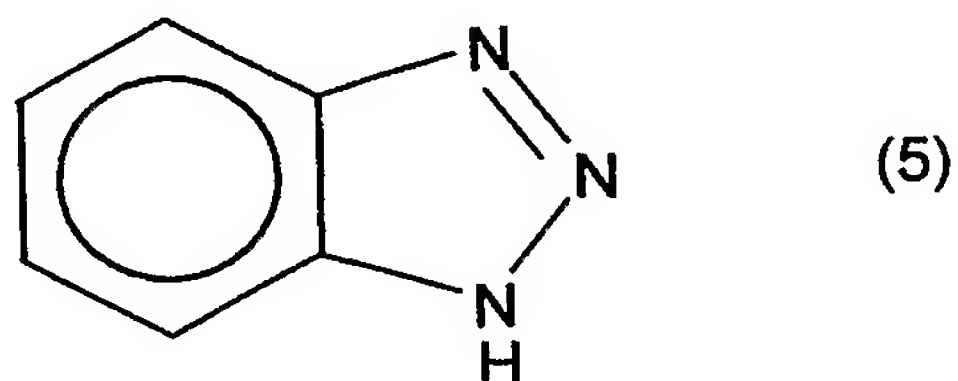
上記一般式(4)で表される化合物としては、2-オクチル - 1, 2-エポキシドデカンなどが挙げられる。

本発明の潤滑油組成物には、銅系金属の安定化剤として知られる、ベンゾトリアゾール及び/又はその誘導体を、組成物基準で0.01~10質量%含有させてもよい。この含

有量は、好ましくは0.05～5質量%である。この含有量が0.01質量%以上であると添加効果が得られ、10質量%以下であると溶解しやすい。ベンゾトリアゾールは、下記式(5)で表される化合物である。

【0020】

【化5】

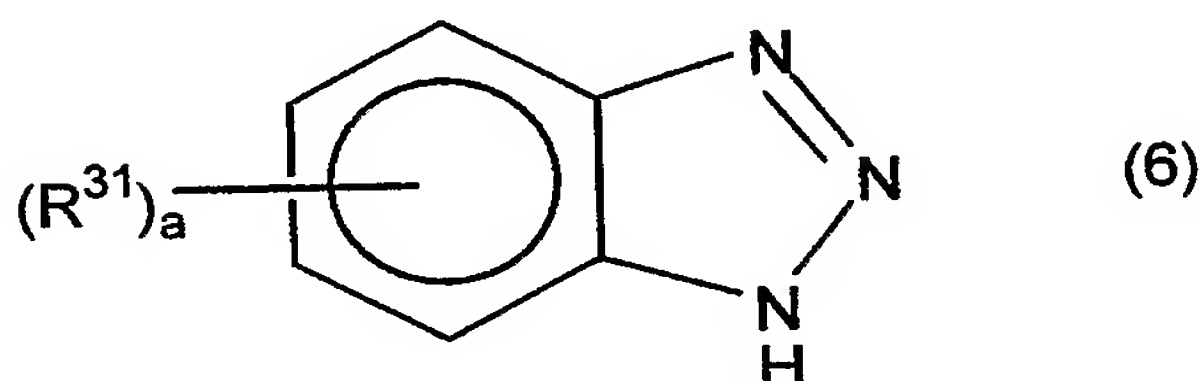


【0021】

また、ベンゾトリアゾール誘導体としては、下記一般式(6)～(8)で表されるものが挙げられる。

【0022】

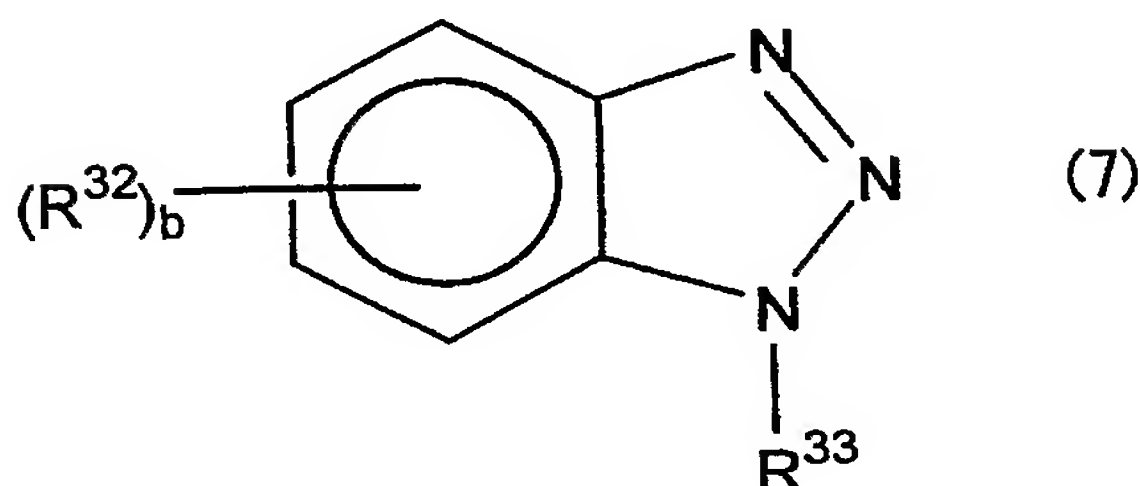
【化6】



(式中、 R^{31} は炭素数1～4のアルキル基を示す。aは1～3の数である。)

【0023】

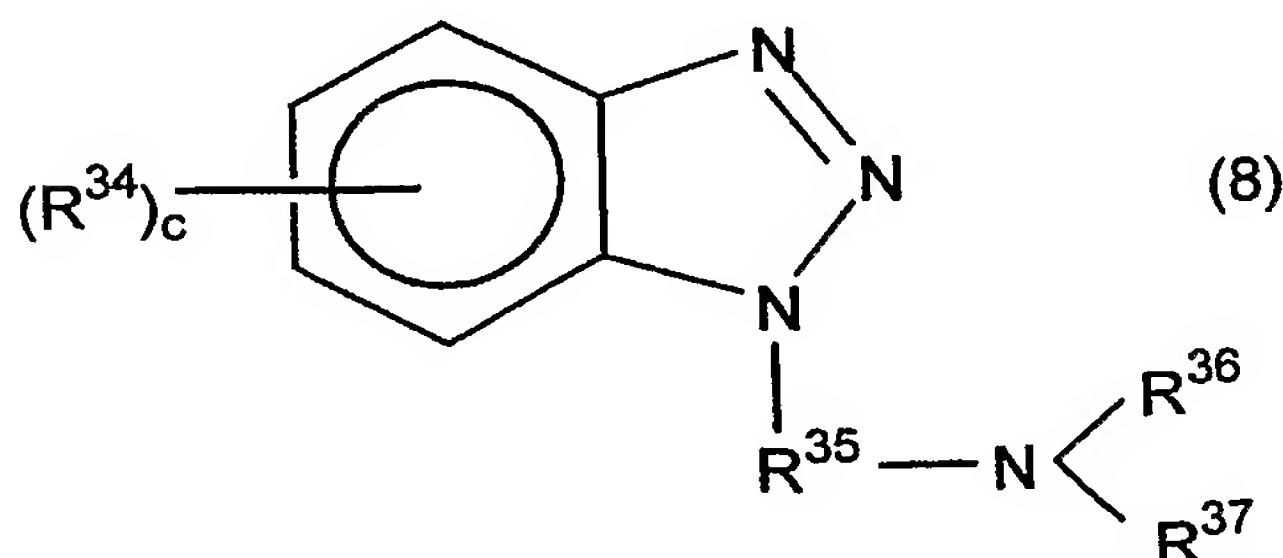
【化7】



(式中、 R^{32} 及び R^{33} は、それぞれ独立に炭素数1～4のアルキル基を示す。bは0～3の数である。)

【0024】

【化8】



(式中、 R^{34} は炭素数1～4のアルキル基を示し、 R^{35} はメチレン基又はエチレン基を示し、 R^{36} 及び R^{37} は、それぞれ独立に水素原子及び炭素数1～12のアルキル基から選ば

れる基を示す。cは0～3の数である。)

【0025】

本発明の潤滑油組成物には、通常、潤滑油剤としての基本的な性能を維持するために、本発明の目的を阻害しない範囲で、油性剤、極圧剤、分散剤、腐食防止剤、酸化防止剤及び消泡剤などの公知の添加剤を適宜添加することができる。これらの添加剤の全添加量は、組成物基準で、通常0.01～20質量%の範囲である。

【実施例】

【0026】

次に、本発明を実施例によりさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの例によってな

んら限定されるものではない。

[製造例1] [2-(2-オクチルウンデシル)-1,3-ジオキソランの合成]

(1) 2-オクチル-1-ドデセンの合成

窒素置換した内容積5Lの三口フラスコに、1-ドセン3.0kg、メタロセン錯体であるジルコノセンジクロライド0.9g(3ミリモル)及びメチルアルモキサン(アルベマール社製、A1換算で8ミリモル)を順次添加し、室温(約20℃)において攪拌を行った。反応液は黄色から赤褐色に変化した。反応を開始してから48時間経過後、メタノールで反応を停止させ、続いて濃度2質量%の塩酸水溶液を反応液に添加し、有機層を洗浄した。次に有機層を真空蒸留し、沸点120～125℃/26.7Pa(0.2Torr)の留分(ドセン二量体)2.5kgを得た。この留分をガスクロマトグラフィーで分析したところ、二量体の濃度は99質量%であり、二量体中のビニリデンオレフィン比率は97質量%であった。

(2) 2-オクチル-1,2-エポキシドデカンの合成

内容積2Lの三口フラスコに、上記(1)で合成したドセン二量体300gとトルエン500mlを加え、混合した。この混合物の温度を70℃に保ち、濃度30質量%の過酸化水素水150g、濃硫酸0.5g及び蟻酸20gを添加した。同温度で1.5時間攪拌を行った後、反応物を水500mlに注ぎ、さらに有機層を水洗した。有機層は再びフラスコに移し、濃度30質量%の過酸化水素水150g、濃硫酸0.5g及び蟻酸20gを添加した。そして、温度70℃で1.5時間攪拌を続けた後、分液して有機層を取出し、水洗し、乾燥処理を施した。そして、溶媒のトルエンを減圧留去し、濃縮液体302gを得た。この濃縮物をガスクロマトグラフィーで分析したところ、2-オクチル-1,2-エポキシドデカンの含有率は94%であった。

(3) 2-(2-オクチルウンデシル)-1,3-ジオキソランの合成

滴下ロート及び還流器を備えた内容積500mlの三口フラスコに、エチレングリコール(広島和光(株)製、特級試薬)200mlと濃硫酸(濃度96質量%以上)2gを加え、内容物を80℃に昇温し、同温度で攪拌しながら、上記(2)で合成した2-オクチル-1,2-エポキシドデカン42.5g(0.143モル)をゆっくりと(8時間かけて)滴下した。滴下後、1時間攪拌してから、降温した。反応物を分液し、上層を水洗し、乾燥処理を施して、純度71質量%の2-(2-オクチルウンデシル)-1,3-ジオキソラン57.4g(収率79.3モル%)を得た。

【0027】

[製造例2] [2-(2-ブチルヘプチル)-1,3-ジオキソランの合成]

製造例1(1)において、1-ドセンの代わりに1-ヘキセンを用い、製造例(1)と類似の方法で、ヘキセン二量体を合成し、このヘキセン二量体を用いて製造例1(2)と類似の方法で、2-ブチル-1,2-エポキシオクタンを合成した。そして、製造例1(3)において、2-オクチル-1,2-エポキシドデカンの代わりに2-ブチル-1,2-エポキシオクタンを用い、製造例1(3)と類似の方法で、2-(2-ブチルヘプチル)-1,3-ジオキソランを得た。

【0028】

[製造例3] [2-(2-ヘキシルノニル)-1,3-ジオキソランの合成]

製造例1(1)において、1-ドセンの代わりに1-オクテンを用い、製造例(1)と

類似の方法で、オクテン二量体を合成し、このオクテン二量体を用いて製造例 1 (2) と類似の方法で 2-ヘキシル-1, 2-エポキシデカンを合成した。そして、製造例 1 (3) において、2-オクチル-1, 2-エポキシドデカンの代わりに 2-ヘキシル-1, 2-エポキシデカンを用い、製造例 1 (3) と類似の方法で、2-ヘキシルノニル-1, 3-ジオキソランを得た。

【0 0 2 9】

[製造例 4] [2-(2-オクチルウンデシル)- α , β -グリセリンホルマルの合成]

製造例 1 (3) において、エチレングリコールの代わりに、グリセリン用い、製造例 1 (3) と類似の方法で、2-(2-オクチルウンデシル)- α , β -グリセリンホルマルを得た。

【0 0 3 0】

[製造例 5] [2-(2-オクテニルウンデシル)-1, 3-ジオキソランの合成]

製造例 1 (3) において、2-オクチル-1, 2-エポキシドデカンの代わりに 2-オクテニル-1, 2-エポキシドデカンを用い、製造例 1 (3) と類似の方法で、2-(2-オクテニルウンデシル)-1, 3-ジオキソランを得た。

【0 0 3 1】

[実施例 1 ~ 9 比較例 1 ~ 4]

表 1-1 及び表 1-2 に示す種類と量の配合成分を混合し、潤滑油組成物を調製した。得られた潤滑油組成物について、以下の条件で、バウデン試験及び平板引抜き試験を行い、潤滑特性を評価した。バウデン試験の結果を図 1 ~ 4 に、平板引抜き試験の結果を表 1 に示す。図 1 及び図 2 は、摺動回数 1 ~ 5 回目までの平均摩擦係数の温度による変化を示し、図 3 及び図 4 は、摺動回数 45 ~ 50 回目までの平均摩擦係数の温度による変化を示す。

また、焼鈍特性には、純銅製の試験板を用い、くぼみを設けた試験板を用いた焼鈍試験-1 の終了後に、試験板の変色及び残渣の確認を行い、平板を用いた焼鈍試験-2 により残油量を算出した。

【0 0 3 2】

[バウデン試験条件]

試験機：往復摺動摩擦試験機

試験荷重：4.9 N

摺動速度：20 mm/s

試験温度：30 ~ 250 °C

摺動距離：50 mm

摺動回数：50 回

試験片(板)：C-1220

試験片(ボール)：SUJ2

評価項目：摺動回数 1 ~ 5 回目までの平均摩擦係数及び摺動回数 45 ~ 50 回目までの平均摩擦係数

【0 0 3 3】

[平板引抜き試験条件]

試験機：インストロン試験機

減面率：33 %

摺動速度：200 mm/s

試験温度：22 °C

摺動距離：150 mm

試験片(板)：C-1220 (25 mm × 300 mm × 1 mm)

ポンチ：WC (2R)

評価項目：平均引抜き抵抗を比較

【0 0 3 4】

[焼鈍試験-1]

1. 純銅製の試験板のくぼみ（直径 7 mm、深さ 5 mm）に潤滑油組成物 10 mg を入れ、ネジ止めにより銅板でしっかりと蓋をする。
2. これを加熱炉に入れた後、炉内を窒素置換する。
3. 窒素置換後、550℃まで20分間で昇温し、その後、550℃で20分間保持し、窒素雰囲気下で冷却して取り出す。
4. スラッジの発生状況等をカメラで観察し、目視で判定する。

【0035】

[焼鈍試験条件-2]

1. 純銅の試験板（60 mm×80 mm）の両面に潤滑油組成物を塗布し、これを5枚重ね、ボルト・ナットで4ヶ所を固定する。
2. 室温下で2時間油切りをした後、500℃に加熱したマッフル炉で、窒素気流下20分間焼鈍する。
3. 冷却後、試験板5枚のうちの内側の3枚の試験板の質量を測定し、単位面積当たりの残油量を算出する。
4. 銅管の管径を6.35 mmとして、単位長さ当りの残油量に換算する。

【0036】

【表1】

表1-1

配合成分(質量%)	40℃における 動粘度 (mm ² /s)	比較例				実施例		
		1	2	3	4	1	2	3
ポリブテン *1	1500	99.9	84.9	84.9		84.9	84.9	84.9
ポリイソブチレン *2	1500				84.9			
非水溶性ポリアルキレングリコール *3	1500							
ブチルステアレート *4			15.0		15.0			
2-エチルヘキシルステアレート *5				15.0				
2-(2-ブチルヘプチル)-1,3-ジオキソラン *6						15.0		
2-(2-ヘキシルノニル)-1,3-ジオキソラン *7							15.0	
2-(2-オクチルウンデシル)-1,3-ジオキソラン *8								15.0
2-(2-オクチルウンデシル)- α , β -グリセリンホルマル *9								
2-(2-オクテニルウンデシル)-1,3-ジオキソラン *10								
2-オクチル-1,2-エポキシドデカン *11								
ベンゾトリアゾール *12		0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
平板引抜きロード(N)		4341	3625	3606	3783	3283	3244	3136
焼鈍試験-1	残渣の有無	微少	無	微少	無	無	無	無
	変色	無	無	微少	無	無	無	無
	蓋の張り付き	無	有	有	有	無	無	無
焼鈍試験-2	残油量(mg/m)	0.31	0.10	0.11	0.18	0.06	0.07	0.08

【0037】

【表 2】

表1-2

配合成分(質量%)	40°Cにおける 動粘度 (mm ² /s)	実施例					
		4	5	6	7	8	9
ポリブテン *1	1500	84.9	84.9		84.9	83.9	
ポリイソブチレン *2	1500			84.9			
非水溶性ポリアルキレングリコール *3	1500						84.9
ブチルステアレート *4							
2-エチルヘキシルステアレート *5							
2-(2-ブチルヘプチル)-1,3-ジオキソラン *6							
2-(2-ヘキシルノニル)-1,3-ジオキソラン *7							
2-(2-オクチルウンデシル)-1,3-ジオキソラン *8			15.0			15.0	15.0
2-(2-オクチルウンデシル)- α,β -グリセリンホルマル *9		15.0					
2-(2-オクテニルウンデシル)-1,3-ジオキソラン *10				15.0	15.0		
2-オクチル-1,2-エポキシドデカン *11						1.0	
ベンゾトリアゾール *12		0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
平板引抜きロード(N)		3214	3391	3440	3508	3156	3185
焼鈍試験-1	残渣の有無	無	無	無	無	無	無
	変色	無	無	無	無	無	無
	蓋の張り付き	無	無	無	無	無	無
焼鈍試験-2	残油量(mg/m)	0.09	0.09	0.09	0.09	0.10	0.09

(注)

- * 1 : 出光石油化学 (株) 製、商品名 : 100R
* 2 : エクソンケミカル社製
* 3 : ポリオキシブチレングリコールモノ n-ブチルエーテル
* 4 : 花王 (株) 製
* 5 : 市販品
* 6 : 製造例 2 の化合物
* 7 : 製造例 3 の化合物
* 8 : 製造例 1 の化合物
* 9 : 製造例 4 の化合物
* 10 : 製造例 5 の化合物
* 11 : 製造例 1 (2) の化合物
* 12 : 城北化学 (株) 製、商品名 : BT-120

【0038】

[実施例 10 及び比較例 5]

表 2 に示す種類と量の配合成分を混合し、潤滑油組成物を調製した。得られた潤滑油組成物を用いて、以下の条件で打ち抜き加工を行い、しごき不良率及び工具摩耗状態を評価した。結果を表 2 に示す。

【0039】

[打ち抜き加工条件]

プレス機 : 150 トンプレス機 (Burr Oak 社製)
板材質 : C1220
工具材質 : ハイス
ストローク速度 : 0.5 m/sec.

しごき率：55%

成形穴形状：6.35/20.32mm (2.5/8インチ) (円形)

加工時間：300サイクル/min. × 5分

【0040】

【表3】

表2

配合成分(質量%)	実施例10	比較例5
ポリブテン(40℃における動粘度130mm ² /s) * ¹	84.9	84.9
ブチルステアレート * ²		15.0
2-(2-オクチルウンデシル)-1,3-ジオキソラン * ³	15.0	
ベンゾトリアゾール * ⁴	0.1	0.1
しごき不良率(%)	4	18
工具摩耗	無	微少

(注)

* 1：出光石油化学(株)製、商品名：5H

* 2：花王(株)製

* 3：製造例1の化合物

* 4：城北化学(株)製、商品名：BT-120

【0041】

[比較例6及び実施例11, 12]

表3に示す種類と量の配合成分を混合し、潤滑油組成物を調製した。得られた潤滑油組成物について以下の条件で圧延実験を行い、表面損傷(ヒートスクラッチ)による圧延限界圧下率を求め、評価した。結果を表3に示す。

【0042】

[圧延条件]

圧延機：4段圧延機

バックアップロール径：200mm

ワークロール径：40mm

圧延速度：100m/min.

張力：入口側3920N、出口側2156N

圧延材：C2680 1.0×50mmコイル

パス数：1パス

圧下率：30～65%

【0043】

【表4】

表3

配合成分(質量%)	比較例6	実施例11	実施例12
鉱油(40℃における動粘度8mm ² /s) * ¹	90.0	90.0	89.0
ブチルステアレート * ²	10.0		
2-(2-オクチルウンデシル)-1,3-ジオキソラン * ³		10.0	10.0
2-オクチル-1,2-エポキシドデカン * ⁴			1.0
限界圧下率(%)	55.0	>65	>65
備考		65%でも表面損傷無し	

(注)

* 1：パラフィン系鉱油

* 2：花王(株)製

* 3 : 製造例 1 の化合物

* 4 : 製造例 1 (2) の化合物

【 0 0 4 4 】

以上の結果より、実施例の潤滑油組成物は、焼鈍特性、潤滑特性が大きく向上していることが明らかである。

【産業上の利用可能性】

【 0 0 4 5 】

本発明の金属加工用潤滑油組成物は、高温領域においても優れた潤滑特性（低摩擦性）を有し、特に銅系金属（銅又は銅含有金属）の加工に好適である。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 4 6 】

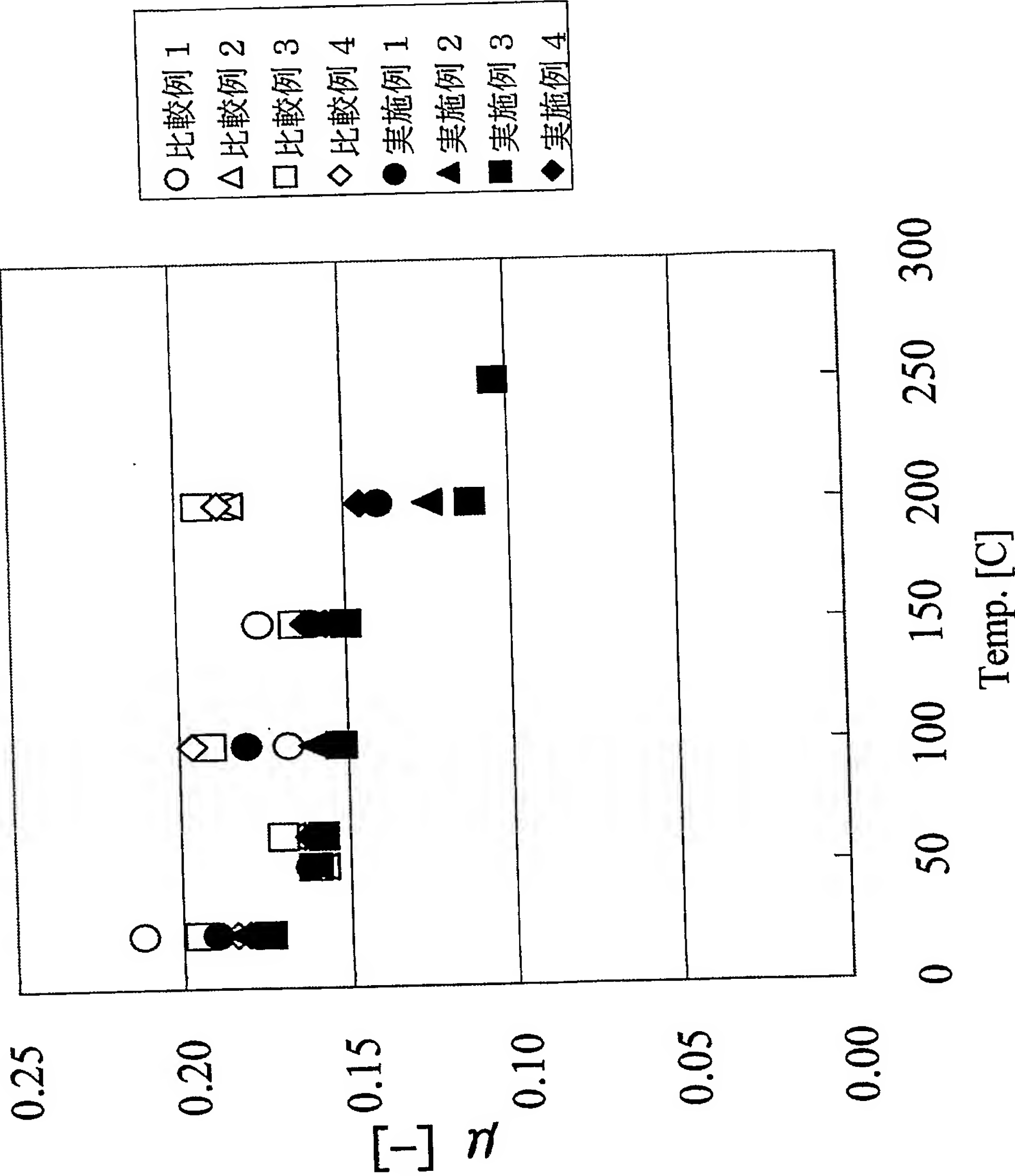
【図 1】 実施例及び比較例におけるバウデン試験結果を示すグラフである。

【図 2】 実施例及び比較例におけるバウデン試験結果を示すグラフである。

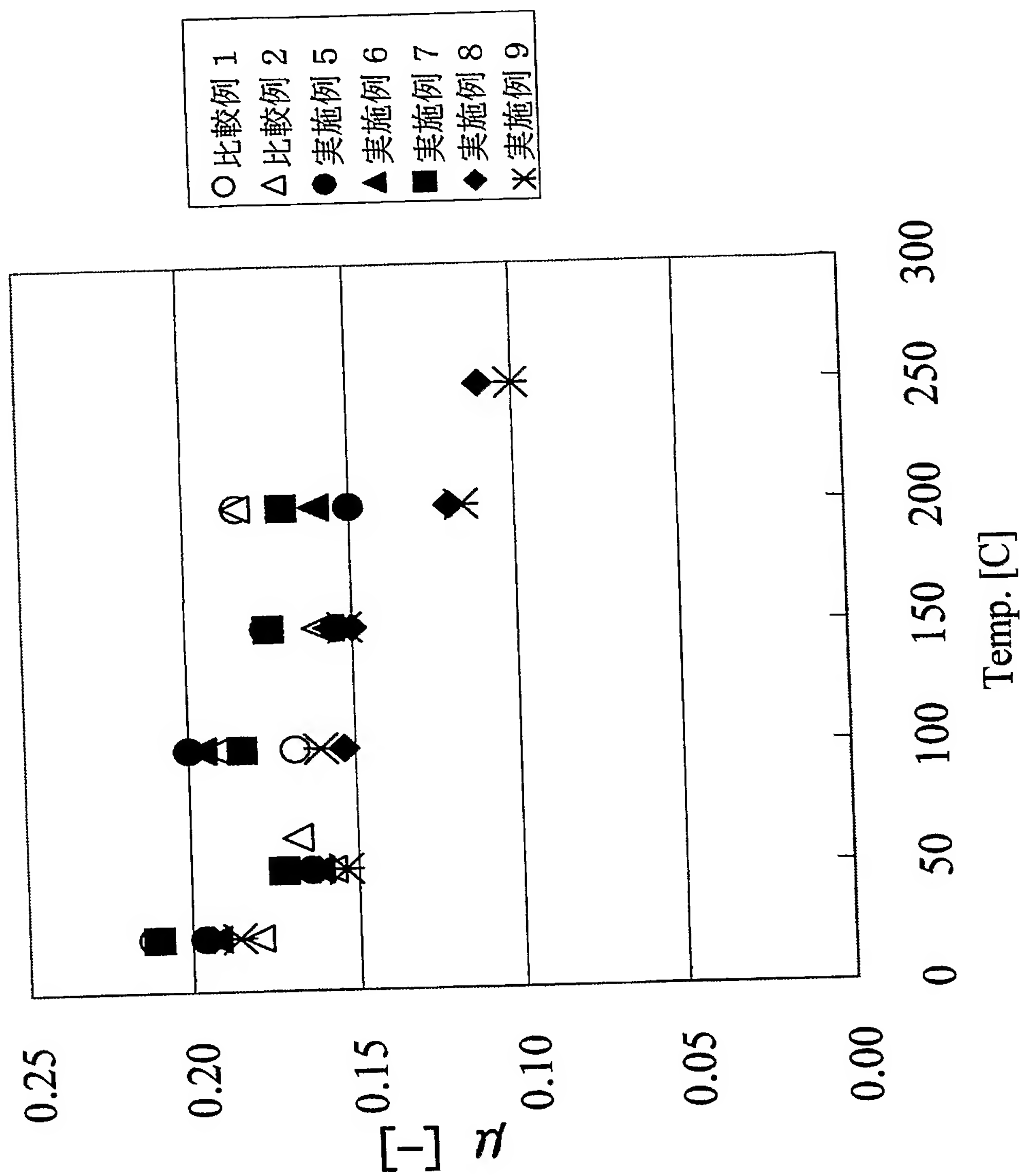
【図 3】 実施例及び比較例におけるバウデン試験結果を示すグラフである。

【図 4】 実施例及び比較例におけるバウデン試験結果を示すグラフである。

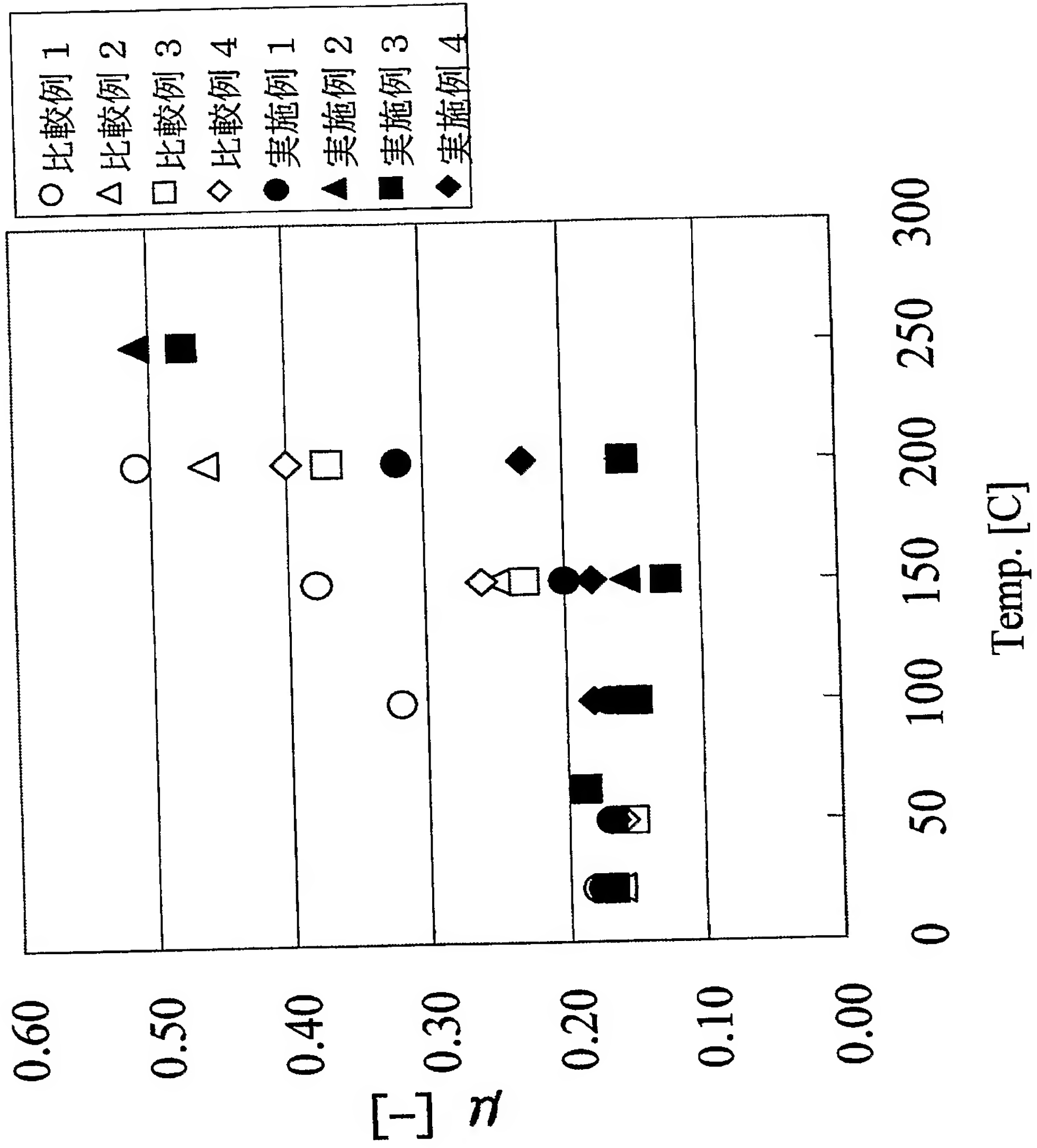
【書類名】 図面
【図 1】



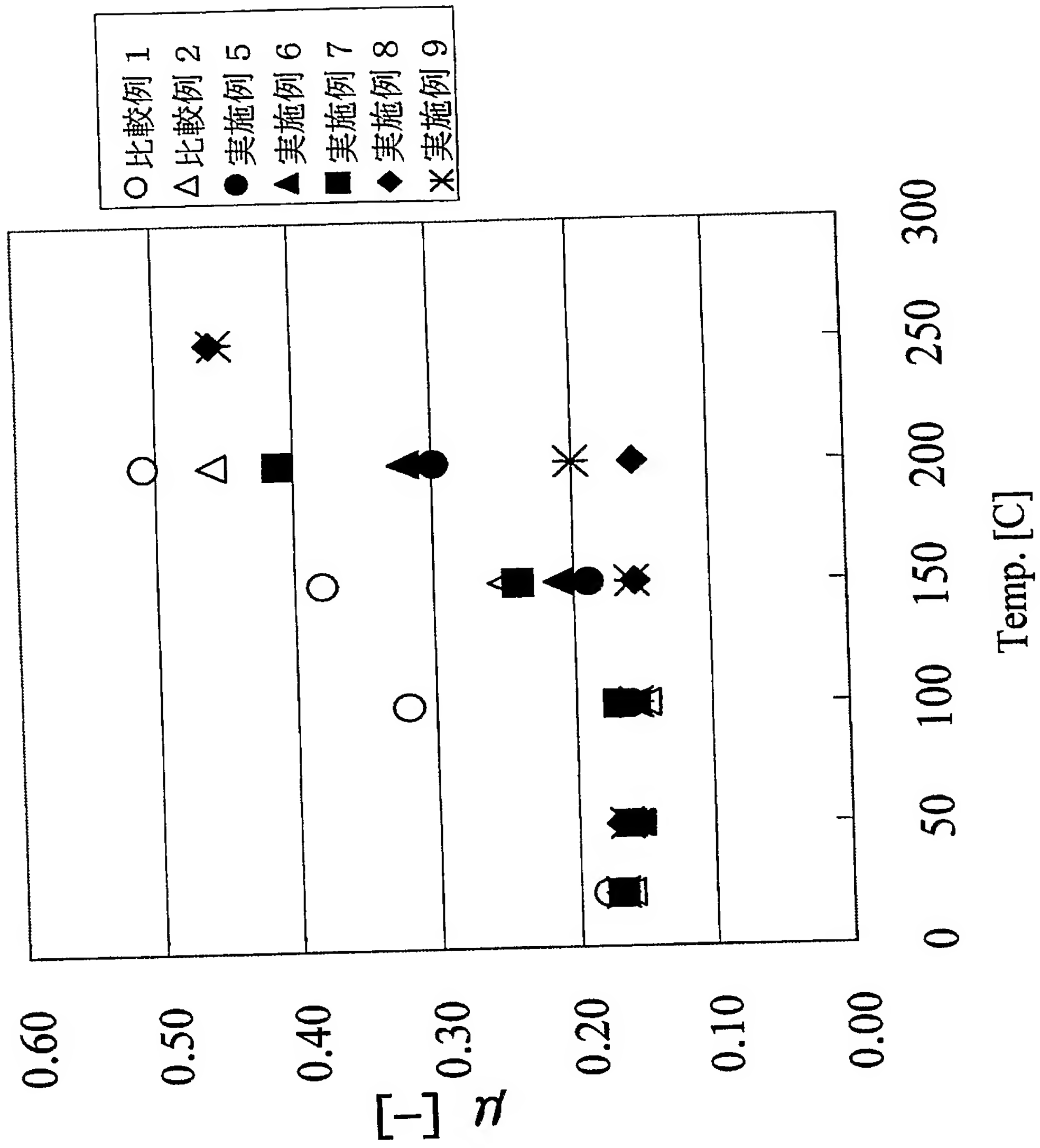
【図 2】



【図 3】



【図 4】



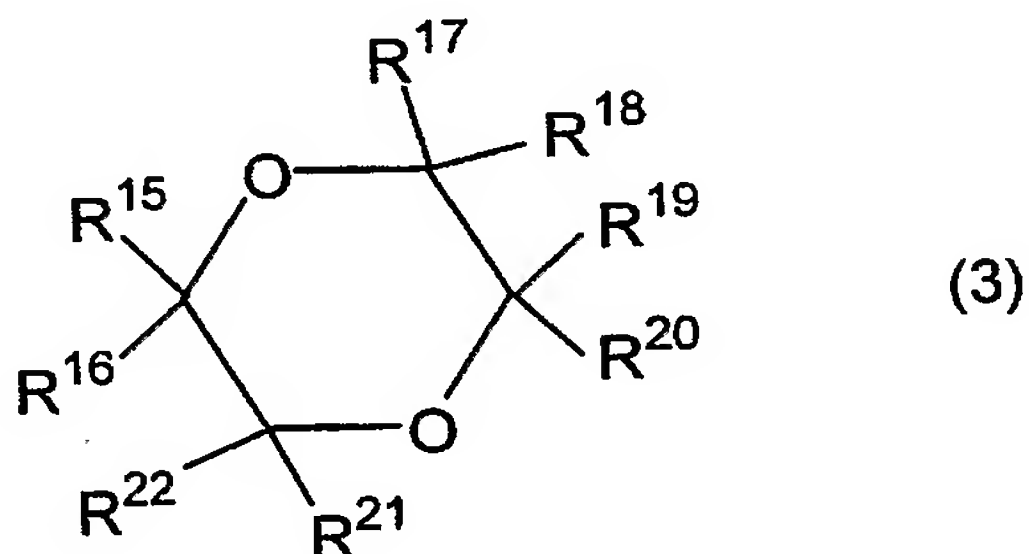
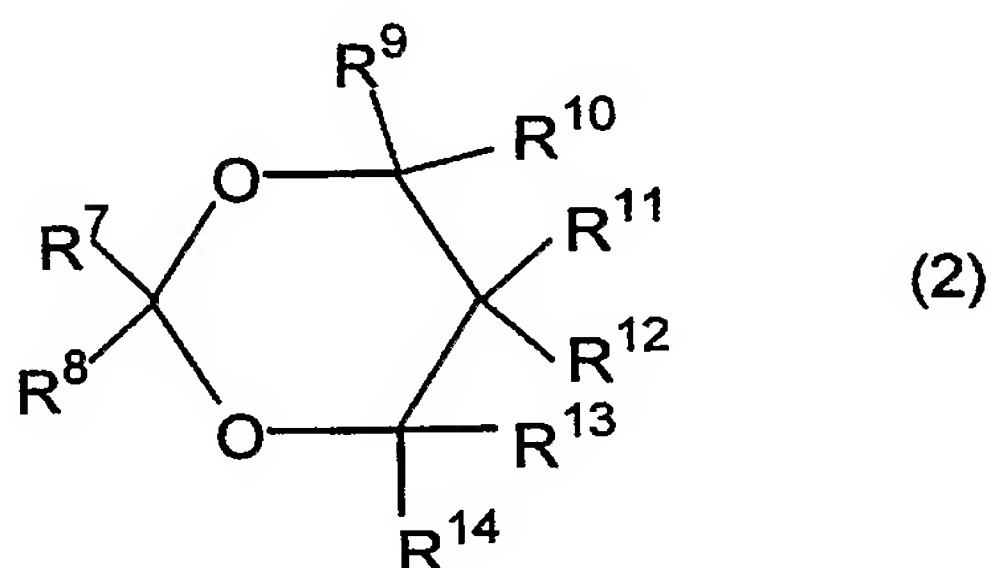
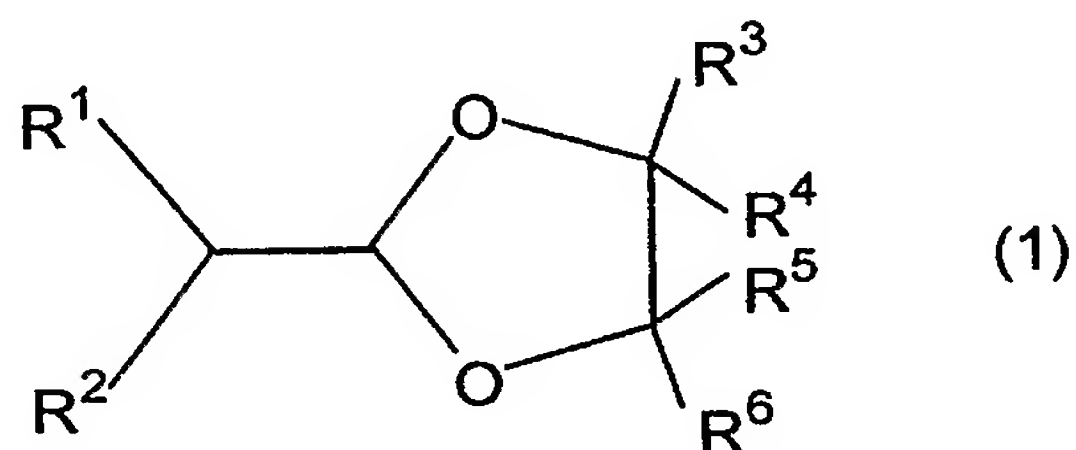
【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 高温領域においても優れた潤滑特性（低摩擦性）を有する金属加工用潤滑油組成物を提供すること。

【解決手段】 基油に、下記一般式（1）で表わされるジオキソラン化合物、下記一般式（2）で表されるジオキサン化合物及び下記一般式（3）で表されるジオキサン化合物から選ばれる化合物の一種又は二種以上を、組成物基準で1質量%以上配合してなる金属加工用潤滑油組成物である。

【化1】



（式中、 $R^1 \sim R^{22}$ は、それぞれ独立に水素原子、炭素数1～30の飽和炭化水素基、炭素数1～30の不飽和炭化水素基、及びエーテル結合、エステル結合又はヒドロキシル基を含む炭素数1～30の炭化水素基から選ばれる基を示す。）

【選択図】 なし

【書類名】 出願人名義変更届（一般承継）
【整理番号】 IK504
【提出日】 平成16年12月 8日
【あて先】 特許庁長官 殿
【事件の表示】
 【出願番号】 特願2004- 49180
【承継人】
 【識別番号】 000183646
 【氏名又は名称】 出光興産株式会社
【承継人代理人】
 【識別番号】 100078732
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 大谷 保
【提出物件の目録】
 【物件名】 承継人であることを証明する書面 1
 【援用の表示】 特許第1 8 7 3 6 2 9号（他9 8件）に関する「合併による移転
登録申請書」（平成1 6年9月3 0日提出）
 【物件名】 被承継人の住所を証明する書面 2
 【援用の表示】 特許第1 8 7 3 6 2 9号（他9 8件）に関する「合併による移転
登録申請書」（平成1 6年9月3 0日提出）
【包括委任状番号】 0000937

特願 2 0 0 4 - 0 4 9 1 8 0

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 1 8 3 6 4 6]

1 . 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 8 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都千代田区丸の内 3 丁目 1 番 1 号

氏 名

出光興産株式会社

特願 2 0 0 4 - 0 4 9 1 8 0

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 1 8 3 6 5 7]

1. 変更年月日

2 0 0 0 年 6 月 3 0 日

[変更理由]

住所変更

住 所

東京都墨田区横網一丁目 6 番 1 号

氏 名

出光石油化学株式会社